

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード* (参考)
D 2 1 H 19/80		D 2 1 H 19/80	
A 6 1 K 7/00		A 6 1 K 7/00	L
// A 4 7 K 7/00		A 4 7 K 7/00	B

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 32 頁)

(21) 出願番号	特願平8-524315	(71) 出願人	キンバリー クラーク ワールドワイド インコーポレイテッド
(86) (22) 出願日	平成8年2月2日 (1996.2.2)		アメリカ合衆国 ウィスコンシン州
(85) 翻訳文提出日	平成9年8月4日 (1997.8.4)		54957-0349 ニーナ ノース レイク ストリート 401
(86) 国際出願番号	P C T / U S 9 6 / 0 1 2 9 7	(72) 発明者	クルジシク デューエイン ジェラード
(87) 国際公開番号	W O 9 6 / 2 4 7 2 3		アメリカ合衆国 ウィスコンシン州
(87) 国際公開日	平成8年8月15日 (1996.8.15)		54911 アップルトン イースト メルロ ーズ アベニュー 1112
(31) 優先権主張番号	0 8 / 3 8 4 , 1 7 0	(74) 代理人	弁理士 中村 稔 (外6名)
(32) 優先日	平成7年2月6日 (1995.2.6)		
(33) 優先権主張国	米国 (U S)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ソフト処理ティッシュ

(57) 【要約】

凝点が約30℃から約70℃の凝固した組成物の均一に分布した表面堆積物を有するティッシュ製品である。凝固した組成物は、ティッシュ製品の外側表面に溶融した形で、好ましくはグラビア印刷により形成される。凝固した組成物は、オイル、ワックス、好ましくは脂肪質アルコールを有する。

【特許請求の範囲】

1. 1又はそれ以上のブライを有するソフトなティッシュ製品において、製品の一方又は両方の外側表面が、約30から約90重量%のオイルと約10から約40重量%のワックスとを備える組成物の均一に分布した凝固堆積物を有し、前記組成物の融点が約30℃から約70℃であることを特徴とするティッシュ製品。
2. 請求の範囲第1項に記載のティッシュ製品であって、前記組成物の融点が約40℃から約60℃であることを特徴とするティッシュ製品。
3. 請求の範囲第1項に記載のティッシュ製品であって、約5から約40重量%の脂肪属アルコールを含むことを特徴とするティッシュ製品。
4. 請求の範囲第3項に記載のティッシュ製品であって、前記脂肪属アルコールは、セチルアルコール、ステアリアルアルコール、ドデシルアルコールからなる群から選ばれることを特徴とするティッシュ製品。
5. 請求の範囲第3項に記載のティッシュ製品であって、前記脂肪属アルコールは、ビヘニルアルコールであることを特徴とするティッシュ製品。
6. 請求の範囲第3項に記載のティッシュ製品であって、前記脂肪属アルコールは、セテアリアルアルコールであることを特徴とするティッシュ製品。
7. 請求の範囲第1項に記載のティッシュ製品であって、約10から約30重量%の脂肪属アルコールを含むことを特徴とするティッシュ製品。
8. 請求の範囲第1項に記載のティッシュ製品であって、約15から約25重量%の脂肪属アルコールを含むことを特徴とするティッシュ製品。
9. 請求の範囲第1項に記載のティッシュ製品であって、前記組成物中のオイルの量は、約30から約70重量%であることを特徴とするティッシュ製品。
10. 請求の範囲第1項に記載のティッシュ製品であって、前記組成物中のオイルの量は、約45から約60重量%であることを特徴とするティッシュ製品。
11. 請求の範囲第1項に記載のティッシュ製品であって、前記オイルは、鉱物油、動物油、植物油、シリコン油からなる群から選ばれることを特徴とするティッシュ製品。
12. 請求の範囲第1項に記載のティッシュ製品であって、前記オイルは鉱物油で

- あることを特徴とするティッシュ製品。
13. 請求の範囲第1項に記載のティッシュ製品であって、前記組成物中のワックスの量は、約10から約30重量%であることを特徴とするティッシュ製品。
  14. 請求の範囲第1項に記載のティッシュ製品であって、前記組成物中のワックスの量は、約15から約25重量%であることを特徴とするティッシュ製品。
  15. 請求の範囲第1項に記載のティッシュ製品であって、前記ワックスは、天然蠟、石蠟、シリコン蠟、合成蠟からなる群から選ばれることを特徴とするティッシュ製品。
  16. 請求の範囲第1項に記載のティッシュ製品であって、前記ワックスはセルシン蠟であることを特徴とするティッシュ製品。
  17. 請求の範囲第1項に記載のティッシュ製品であって、前記組成物の量は前記ティッシュの重量に対して約1から約40重量%であることを特徴とするティッシュ製品。
  18. 請求の範囲第1項に記載のティッシュ製品であって、前記組成物の量は前記ティッシュの重量に対して約5から約25重量%であることを特徴とするティッシュ製品。
  19. 請求の範囲第1項に記載のティッシュ製品であって、前記組成物の量は前記ティッシュの重量に対して約10から約15重量%であることを特徴とするティッシュ製品。
  20. 請求の範囲第1項に記載のティッシュ製品であって、実際の表面積被覆率は約30から約99%であることを特徴とするティッシュ製品。
  21. 請求の範囲第1項に記載のティッシュ製品であって、実際の表面積被覆率は約50から約80%であることを特徴とするティッシュ製品。
  22. 請求の範囲第1項に記載のティッシュ製品であって、4酸化オスミウムガスで処理し、階調ヒストグラム解析のパーセント変化率で測定し、表面コーティングの均一性が、約15%またはそれより小さいことを特徴とするティッシュ製品。
  23. 請求の範囲第22項に記載のティッシュ製品であって、パーセント変化率が約10%またはそれより小さいことを特徴とするティッシュ製品。

24. 請求の範囲第22項に記載のティッシュ製品であって、パーセント変化率が約5%から約15%であることを特徴とするティッシュ製品。
25. 請求の範囲第1項に記載のティッシュ製品であって、しみ込み時間が約20秒またはそれより大きいことを特徴とするティッシュ製品。
26. 請求の範囲第1項に記載のティッシュ製品であって、しみ込み時間が約40秒またはそれより大きいことを特徴とするティッシュ製品。
27. 請求の範囲第1項に記載のティッシュ製品であって、しみ込み時間が約50秒から約150秒であることを特徴とするティッシュ製品。
28. ソフトなティッシュ製品を作る方法において、  
(a) オイルとワックスを含む組成物を約30℃から70℃である組成物の融点より高い温度に加熱して前記組成物を溶融させ、  
(b) 溶融した組成物をティッシュウェブの片面又は両面に間隔をおいた堆積物の形で均一に塗布し、  
(c) 溶融した組成物の堆積物を再凝固させる、  
ことを特徴とする方法。
29. 請求の範囲第28項に記載のティッシュ製品製造方法であって、加熱した組成物は、ティッシュウェブにグラビア印刷機により、1平方インチ当たり約100から約1,000,000の堆積数で形成されることを特徴とする方法。
30. 請求の範囲第28項に記載のティッシュ製品製造方法であって、ティッシュの表面積の約30から約99%が前記組成物で覆われることを特徴とする方法。
31. 請求の範囲第29項に記載のティッシュ製品製造方法であって、ティッシュの表面積の約50から約80%が前記組成物で覆われることを特徴とする方法。
32. 請求の範囲第28項に記載のティッシュ製品製造方法であって、ティッシュに塗布される前記組成物の量は、約1から約40%であることを特徴とする方法。
33. 請求の範囲第28項に記載のティッシュ製品製造方法であって、ティッシュに塗布される前記組成物の量は、約5から約25%であることを特徴とする方法。
34. 請求の範囲第28項に記載のティッシュ製品製造方法であって、ティッシュに塗布される前記組成物の量は、約10から約15%であることを特徴とする方法。
35. 請求の範囲第28項に記載のティッシュ製品製造方法であって、前記堆積物の

- 凝固を加速するため、コーティング組成物を塗布する前又は後にティッシュウェブを冷却することを特徴とする方法。
36. 請求の範囲第28項に記載のティッシュ製品製造方法であって、前記組成物を前記組成物の融点より約10℃以内で高い温度まで加熱することを特徴とする方法。
37. 請求の範囲第28項に記載のティッシュ製品製造方法であって、前記組成物を前記組成物の融点より約5℃以内で高い温度まで加熱することを特徴とする方法。
38. 請求の範囲第28項に記載のティッシュ製品製造方法であって、前記組成物を前記組成物の融点より約2℃以内で高い温度まで加熱することを特徴とする方法。
39. 請求の範囲第28項に記載のティッシュ製品製造方法であって、前記組成物は約5から約40重量%の脂肪族アルコールを含むことを特徴とする方法。

発明の背景

フェイシャルティッシュ、バスティッシュ等の吸収性ティッシュ製品は、体液を吸収し、皮膚を乾燥した状態に保つため使用されてきた。しかし、吸収性ティッシュは、体液を吸収するのに加えてまた皮膚をすり減らす。特に、たびたび鼻をかむと、皮膚はすりむけて赤くなり触れると痛くなる。皮膚のすりむけを減らすため、ティッシュに添加する調合物を使い、使用中添加調合物のために、滑らかになりティッシュが皮膚の表面を滑るようにするか、又はティッシュが皮膚の上の残り堆積するようにすることができる。

今日まで、これらの調合物はティッシュの上に容易に堆積することができるように、室温で液体又は半固体であった。これらの液体はティッシュ内に吸収され表面には効果があるほど残らないので、ティッシュの上に堆積し皮膚への刺激を減らし赤くならないようにするには、これらの液体は多く必要であった。

従って、ティッシュに塗布する調合物で、費用効果がよく、使用者の皮膚に移転できるように残り、皮膚への刺激と赤さを減らすような調合物の必要性がある。

発明の要約

ティッシュの表面にワックス（蠟）とオイルからなる溶融保湿／保護組成物の多数の堆積物を塗布し、その後組成物を再度凝固させてティッシュの表面に固体堆積物の分布好ましくは均一な分布を形成することにより、非常にソフトなティッシュ製品が作れることが分かった。組成物は室温で固体であり堆積後急速に凝固するので、シート内に侵入し拡散する傾向は少ない。液体調合物で処理したティッシュと比較すると、この方法はティッシュの表面に添加された組成物が多く残り、使用者の皮膚に接触して移転するので、効果がある。さらに、組成物を実質的に製品の表面に位置させるので、添加量が少なくすみ、低コストで同じ効果がある。

それゆえ、本発明の1態様は、1又はそれ以上のプライを有するティッシュ製

品において、製品的一方又は両方の外側表面に、約30から約90重量%のオイルと約10から約40重量%のワックスとを有し、好ましくは約5から約40重量%の脂肪族アルコールを含む組成物の均一に分布した凝固堆積物を有し、該組成物の融点が約30℃から約70℃、より特定すると約40℃から約60℃であるティッシュ製品である。ここに「融点」とは、大部分が溶融し、その温度範囲で実際に溶融すると認められる温度をいう。

他の態様では、本発明は、ソフトなティッシュ製品を作る方法において、(a) オイル、ワックス、好ましくは脂肪族アルコールを含む組成物を約30℃から70℃である組成物の融点より高い温度に加熱して組成物を溶融させ、(b)溶融した組成物をティッシュウェブの片面又は両面に間隔をおいた堆積物として形成し、(c)溶融した組成物の堆積物を再凝固させる方法である。組成物が組成物の融点より僅かに高い温度まで加熱されているなら、冷却ロール等の冷却手段がなくても堆積物は、ほとんど即座に再凝固する。しかし、再凝固を促進するために、溶融物の塗布の前又は後に冷却ロール等の冷却手段を使用することもできる。このように即座に凝固するので、組成物がティッシュに侵入するのが妨げられ、ティッシュの表面に保持されるので有利である。例えば、溶融した組成物の温度は、融点から約10℃以内で高いのがよく、より特定すると約5℃以内で高いのがよく、さらにより特定すると約2℃以内で高いのがよい。溶融した組成物の温度が融点に近づくと、溶融した組成物の粘度がしだいに増加し、そのため溶融した組成物が表面上に保持される傾向が助長される。

組成物内のオイルの量は、約30から約90重量%とすることができ、より特定すると約40から約70重量%とすることができ、さらに特定すると約45から約60重量%とすることができる。好適なオイルは次の種類があるがこれらに限らない。鉱油等の石油又は鉱油、ミンク油とラノリン油等の動物油、アロエ抽出物、ヒマワリ油とアボガド油等の植物油、ジメチコンとアルキルメチルシリコン等のシリコン油である。

組成物内のワックスの量は、約10から約40重量%とすることができ、より特定すると約10から約30重量%とすることができ、さらに特定すると約15から約25重量%とすることができる。好適なワックスは次の種類があるがこれらに限らない

。 蜜蝋とカルナウバ蝋等の天然蝋、パラフィンとセルシン蝋等の石蝋、アルキルメチルシロキサン等のシリコン蝋、合成蜜蝋と合成鯨油蝋等の合成蝋である。

組成物内に脂肪族アルコールが存在するならばその量は、約5から約40重量%とすることができ、より特定すると約10から約30重量%とすることができ、さらに特定すると約15から約25重量%とすることができ、好適な脂肪族アルコールには、セチルアルコール、ステアリアルアルコール、ビヘニルアルコール、ドデシルアルコール等のC<sub>14</sub>—C<sub>30</sub>の長さの炭素連鎖を有するアルコールがある。

顧客の利益を高めるため、追加の成分を使用することができる。この成分には、次の種類があるがこれらに限らない。C<sub>10</sub>又はこれより大きい脂肪族アルコール（滑らかさ、粘性、不透明度）、脂肪属エステル（滑らかさ、感触改良）、ビタミン（局所の医学的利益）、ジメチコン（皮膚保護）、粉末（滑らかさ、オイル吸収、皮膚保護）、保存剤と参加防止剤（製品保全）、エトキシ化脂肪族アルコール（湿りやすさ、プロセス助剤）、芳香剤（顧客の注意を引く）、ラノリン誘導体（皮膚の保湿）、着色剤、光沢剤、日焼け止め、 $\alpha$ ヒドロキシ酸、天然ハーブ抽出物等である。

ティッシュに添加する組成物の合計量は、ティッシュの重量に対して、約1から約40重量%とすることができ、より特定すると約5から約25重量%とすることができ、さらに特定すると約10から約15重量%とすることができ、添加量は、製品への組成物添加によりどの様な効果を得たいのか、また組成物の種類による。加熱した組成物をティッシュウェブの表面に均一に塗布する好適な方法は、直接又は間接（オフセット）グラビア印刷である。最も正確な印刷方法であり、組成物の分配と移転率を最もよく制御することができるからである。しかし、フレキソ印刷等の他の印刷方法を使用することもできる。

組成物の表面積被覆率は、ティッシュのほぼ全表面で均一であるが、ティッシュ製品の表面を部分的に覆うのが好ましい。小さな堆積物を間隔をおいて多数形成するとこのようになり、これを裸眼で見ると全表面を覆っているように見えるが実際はそうでない。実際の表面積被覆率は、約30から約99重量%とすることが



でき、より特定すると約50から約80重量%とすることができる。（「表面積」とは、ティッシュの3次元形状を考慮しないティッシュの単純な平面の面積である。

そうでないとティッシュのどのような試料でも表面積が増加してしまう）。多数の非常に小さい堆積物を形成することにより、ティッシュの表面近くに実質的に残るように、組成物の侵入を制御することができる。例えば表面の1インチ長さ当たり約10から約1000の堆積物を形成する、又は1平方インチ当たり約100から約1,000,000形成することによるグラビア印刷が、このような用途に最適である。これは、機械印刷、酸エッチング印刷、電気印刷、セラミックレーザー印刷等の幾つかの良く知られている印刷技術を含む。好適な電気印刷された試料は、表面の1インチ長さ当たり約250の堆積物、又は1平方インチ当たり約62,500の堆積物を有する。このように多数の小さな堆積物を形成することにより、堆積物の分布は非常に均一性が高い。均一性は、以下に記述する像解析により評価することができ、約15%以下、より特定すると約10%以下、さらにより特定すると約5から約15%のパーセント変化率とすることができる。ティッシュの表面に多数の小さな堆積物が形成されるので、堆積物はティッシュの表面でより速く再凝固し、使用者に利益をもたらすのに最も有効である。その結果、比較的小さい量の組成物で広い面積を覆うことができる。

ある実施例では、この発明の製品は疎水性の特性を与えることができ、そうすると使用中に使用者の手が「濡れる」のを防ぐ。この特性は、しみ込み時間により客観的に測定することができる。しみ込み時間は、ワルターらに1990年8月21日に発行された米国特許第4,950,545号に記述されていて、その内容をここに参照組み込む。しみ込み時間は、約30秒またはそれより長く、より特定すると約40秒またはそれより長く、さらに特定すると約50秒またはそれより長く、さらに特定すると約50秒から約150秒またはそれより長い。しみ込み時間は、この発明の処理したティッシュを約100から約150°Fの温度に加熱することにより、3〜5倍の率で大幅に増加させることができる。加熱処理したティッシュのしみ込み時間は、約150またはそれより長い。

本発明のティッシュ製品は、1 プライ、2 プライ、3 プライまたはそれ以上とすることができる。どの場合も、組成物は製品の外側表面に形成される。組成物は、プライを重ねた後、又は重ねる前に形成することができる。個々のプライは、層になっても混合（均一）されていてもよく、クレープがあってもなくても、

通気乾燥されていてもウェットプレスされていてもよい。驚くべきことに、混合のティッシュのベースシートは多層のベースシートと同等の性能があることが分かったので、層にすることは必要ではない。

#### 図面の簡単な説明

図1は、製造中に加熱グラビア印刷機を使用してクレープティッシュシートに組成物を形成する本発明方法の工程の流れを表す図である。

図2は、処理するウェブが親ロールから供給される図1に近似した本発明方法の工程の流れを表す図である。

図3は、溶融した組成物をティッシュシートの両面に塗布する加熱グラビア工程の概略図である。

図4は、加熱オフセットグラビア印刷と加熱直接グラビア印刷を使用して、ティッシュ製品の両面に溶融組成物を印刷する本発明方法の概略図である。

図5は、加熱オフセットグラビア印刷を使用して、ティッシュシートの両面に同時に印刷する本発明方法の概略図である。

図6は、加熱オフセットグラビア印刷を使用して、ティッシュシートの両面に連続して溶融組成物を印刷する本発明方法の概略図である。

図7Aと7Bは、それぞれ本発明の4酸化オスミウムで着色したティッシュの表面と、商業的に得られるローション処理したティッシュの表面の写真であり、2つの組成物の表面被覆率を表す。

図8A～Fと図9A～Fは、本発明の4酸化オスミウムで着色したティッシュの断面写真であり、処理した組成物の侵入の程度を表す。

図10A～Fは、商業的に得られるティッシュ製品PUFFS Plusの図8、9と同様の断面写真である。

#### 図面の詳細な説明

次の図の説明において、各図の同じ部品を表すのに同じ参照番号を使用する。

図1を参照して、本発明の1態様を詳細に記述する。ティッシュシート1が、ヤンキードライヤー2に近づき、クレープブレード3によりドライヤーから除去される。乾燥してクレープを付けたティッシュシート4が、裏打ちロール6と影り込みロール7からなる加熱グラビア印刷ステーションに行き、その点で溶融し

た組成物がティッシュシートの表面に塗布される。次に、処理したシートは、後続の転換作業のためロール8に巻かれる。

印刷作業の間、ティッシュシートに塗布される溶融組成物は、加熱供給タンク10により供給され、好適な計量供給ポンプにより、加熱ドクター塗布ヘッド11に圧送される。工程中一定の温度を保持することが必要である。従って、溶融した組成物は、タンクに十分な量を維持しながら、供給タンクと塗布ヘッドの間を連続的に循環する。加熱ドクター塗布ヘッドは、溶融した組成物を影り込みロールに供給し、その表面は所望の効果を有するのに必要な移送容積を有する複数の小さいセルを備える。例として、好適な影り込みロールは長さ1インチ当たり250のラインスクリーンを有し、ロール表面の1平方インチ当たり $5.0 \times 10^9$ 立方 $\mu$  (BCM)の容積を有する。このロールの典型的なセルの寸法は、長さ150 $\mu$ 、巾110 $\mu$ 、深さ30 $\mu$ である。

動作において、影り込みロールは、ティッシュウェブ即ちシートが影り込みロールと接触するように裏打ちロールの方へ荷重をかける。裏打ちロールは、天然ゴム、合成ゴム又は他の圧縮可能なもの等の工程の要求にあうどのような材料でもよい。荷重圧力は、約5~50psi (ロール間圧縮) から影り込みロール/裏打ちロール間隙0.008インチ (ロール間非接触) まで変えることができる。

図2は、溶融組成物を印刷するティッシュが図1から供給される点を除くと図1と同様である。これは、印刷作業がティッシュシート製造工程と独立に行われるオフライン印刷を意図している。溶融組成物で印刷されるシート17は、1プライであっても多プライであってもよい。その結果できるシートは、次に後続の転換作業のためロール16に巻かれる。

図3は図2に近似するが、2つの連続する印刷ステーションを使用するシートの両面直接加熱グラビア印刷を示す。単一ブライの製品の両面で組成物添加の効果が望まれるとき、又はティッシュ製品が2ブライ又はそれ以上のブライからなるときは、両面印刷が有利である。

図4は、シートの一方面にオフセット加熱グラビア印刷を、シートの他方面に直接加熱グラビア印刷を使用するティッシュシートの両面印刷を表す。この方法で、彫り込みロール7と裏打ちロール6（オフセット塗布ロールとして2つあ

る）は、前述の方法に使用したロールと同じにすることができる。しかし、第2彫り込みロール20は、異なる液体送り特性が必要なので、彫り込みはすこし異なる。このようなロールの直接用の彫り込みロールの仕様は、250ラインスクリーン、5.0BCMとすることができる。このようなロールの典型的なセルの寸法は、長さ150 $\mu$ 、巾110 $\mu$ 、深さ30 $\mu$ である。オフセット用の彫り込みロールの仕様は、250ラインスクリーン、4.0BCM、長さ140 $\mu$ 、巾110 $\mu$ 、深さ26 $\mu$ とすることができる。

図5は、同時加熱オフセットグラビア印刷を使用して、シートの両面に印刷する方法を表す。

図6は、2つの加熱オフセットグラビア印刷ステーションを使用して、シートの両面に連続して印刷する方法を表す。それぞれの印刷ステーションで、追加の裏打ちロール21が必要である。

図7Aと7Bは、本発明の3ブライフェイシャルティッシュ（7A）と、商業的に得られるローション処理したティッシュであるPUFFS Plusフェイシャルティッシュ（7B）の表面の平面を表す。2つのティッシュは、4酸化オスミウム( $\text{OsO}_4$ )蒸気で処理され、ティッシュの白いパルプ繊維に対して半透明/白色ローションが見えるようにされる。4酸化オスミウムは、炭素の2重結合と反応して、炭素とオスミウム金属化合物を形成する。こうすると、影響を受けた材料を安定化即ち「固定化」し、材料を黒く着色するので、コントラストを付けるのに好ましい。

4酸化オスミウム処理は、開口部直径約12~16インチ、深さ約12インチのガラ

スベルジャー内にティッシュをゆるく置くことにより行われる。ティッシュが積み重なると、蒸気が全てのティッシュに十分侵入しなくなるので、そうならないように注意する。4酸化オスミウムは、密封したガラスアンブルに結晶固体として受けられ、それを壊して開け、ティッシュと共にベルジャーに入れる。頂部をベルジャーの上に置き、気密にシールする。ティッシュは、ベルジャー内に24から48時間置く。4酸化オスミウムは、高い蒸気圧を有し容易に昇華してガスになりベルジャー室に充滿する。着色後、ベルジャーを開き、取扱いの前に試料に残存する未反応蒸気を放出するため12から24時間空気を当てる。注意: 4酸化オス

ミウムを使用するときは、特に注意する。それは強力な酸化剤で、非常に有毒である。この材料を使用する全工程は、十分な空気の流れる換気フード内でおこなうべきである。

4酸化オスミウム処理後、ティッシュを7.5倍の顕微鏡で偏光で見る。図示するように、本発明のティッシュは被覆率の均一性が高い。均一性はまた、着色したティッシュの階調(gray-level)ヒストグラム解析を使用して確認することができる。本発明のティッシュの平均変化率パーセント(COV)は、10.6であり、PUFFS Plusの平均変化率パーセント(COV)は、22.6であり、本発明のティッシュの被覆率の変化率は非常に小さい。

パーセント変化率を測定するには、オスミウム処理したシートを10ミリCマウント延長チューブに取り付けられた50ミリEL-Nikkorレンズを囲む8球8角形リング状照明器により、全方向暗視野照明で見る。これが、カルニコン(chainicon)スキャナーによりQuantimet 970像解析装置(イリノイ州ディアフィールドのライカ社)の入力となる。視野の大きさ(標準フレーム)は、2.77cm×2.17cmであった。オスミウム処理したティッシュの色々の視野をレンズの下に置き、黒色の写真用ドレープを背景に使用して測定した。合計6視野を測定した。スキャナーの白レベルは、何時も1.00ボルトに設定した。終わりに、ヒストグラムをプリントアウトし、標準偏差を標準階調で割って、変化率を算出した。100倍すると、パーセント変化率になる。

図8、9(本発明)と図10(PUFFS Plus)を参照すると、3つの4酸化オスミ

ウムで着色したティッシュが機械方向に断面をとってある。個々のティッシュの6つの代表する部分（A～F）を約200倍の倍率で写真を取り、組成物の堆積物の侵入の程度が異なることを示し、本発明方法により処理した組成物を処理ティッシュの表面にはほぼ限定できることを示す。図示するように、PUFFSPPlusの断面は、処理が散発的で均一でなく、しばしばティッシュを完全に通り抜けていることがわかる。一方本発明のティッシュは、処理組成物を処理したプライの上面表面により多く保持する。

本発明方法のティッシュの表面上に組成物をほぼ保持する能力は、像解析を使用して評価することができる。より詳しくは、この解析の結果と光学条件は、均

一性測定のため上述したのと同じである。しかしこの場合、個々のティッシュのプライの上と下の表面は、2つの片の間に間隙がなく「突きつけ状態」を形成するように相互にぴったり置いた。例えば、明るい下面部分が像フレームの右に、暗い上面部分が像フレームの左にくるように、試料をレンズの下に置いた。

もし、最初に明るい下面表面の階調ヒストグラムを測定するなら、可変フレームを像フレームのその領域の上に置き、スキャナーの白色レベルを全視野について1.00ボルトに設定する。次に、明るい下面が左に来るように試料を回転する。スキャナーを再度1.00ボルトに調節し、この表面を再度可変フレームにより分離する。このデータを同じ階調ヒストグラムに累積する。下面表面の平均階調 $GL_{\text{BO}}$ を記録する。

次に、再度スキャナーの白色レベルを全視野について1.00ボルトに設定して、像の他の半分の占める暗い上面表面について同じ手順を行う。（こうすると、ティッシュに添加された組成物の量の全体の違いを補償し、組成物が上面か下面についてより正確にゼロ点規正し、こうすると侵入の程度を反映する。）再度、上面表面の平均階調 $GL_{\text{TOP}}$ を記録する。

最後に、侵入と逆の関係にある2つの平均階調の差 $GL_{\text{DIFF}}$ を計算する。

$$GL_{\text{DIFF}} = GL_{\text{BOTTOM}} - GL_{\text{TOP}}$$

$GL_{\text{DIFF}}$ がゼロ又は負なら、完全な侵入が起こっている。 $GL_{\text{DIFF}}$ が正で大きければ、オスミウムで着色した組成物の殆どはティッシュの上面表面にある。

図8と9に例示する本発明の2つのティッシュ試料の $GL_{DIFF}$ 値は、10.4と6.1であった。これに対して、PUFFS Plusティッシュ試料の $GL_{DIFF}$ 値は、-2.1であった。一般に本発明のティッシュは、 $GL_{DIFF}$ 値が約5またはそれより大きい特徴があり、より特定すると約10またはそれより大きく、さらに特定すると約5から約15の間である。

#### 実施例

##### 実施例1

次の組成物を有する融点約45℃の皮膚保湿調合物を作成した。

	重量パーセント
1. ジメチコン 100 cst	1.0
2. イソプロピルパルミテート	3.0
3. ビタミンEアセテート	0.1
4. アロエ抽出物	0.1
5. 鉱物油	59.8
6. セレシン蠟 (融点66-71℃)	18.0
7. セテアリルアルコール	18.0

ジメチコンとイソプロピルパルミテートを均一になるまで予備混合して調合物を作成した。加熱中、アロエベラ抽出物とビタミンE抽出物を添加し混合した。鉱物油を添加し、調合物を均一になるまで混合した。組成物をさらに55~60℃の温度に加熱した。セレシン蠟を加えた。セレシン蠟が溶けるまで、組成物をさらに攪拌しながら60~65℃の温度に加熱した。凝集を避けるため攪拌しながらセテアリルアルコールをゆっくり組成物に加えた。温度を55~60℃に維持し、セテアリルアルコールが溶けるまで混合し続けた。この時点で、調合物は使用する準備が出来た。

出来た調合物を、図4に示すようにして加熱グラビア印刷工程により16重量%の添加レベルで、ウェットプレスした3プライティッシュベースシート（坪量2880平方フィート当たり約23ポンド）の両面に塗布した。特に、調合物はステンレス鋼加熱供給タンク内で約56℃に予め溶融された。印刷機への供給装置と印刷機

(供給ホース、ドクター塗布ヘッド、グラビアロール)は、約55℃に予め加熱した。調合物を加熱塗布ヘッドから加熱した直接とオフセットのグラビアロールに移送した。

グラビアロールは、ケンタッキー州ルイスビルの子ザングラフィックシステムの電子的に彫り込んだ銅をクロムで覆ったロールであった。直接グラビアロールは、1インチ長さ当たり200セルのラインスクリーンで、ロール表面の平方インチ当たり6.0BCMの容積であった。このロールの典型的なセルの寸法は、長さ180  $\mu$ 、巾145  $\mu$ 、深さ34  $\mu$ であった。オフセットグラビアロールは、250ラインス

クリーン、5.0BCM、長さ150  $\mu$ 、巾110  $\mu$ 、深さ30  $\mu$ であった。ゴム製裏打ちロール/オフセット塗布ロールは、ミシガン州スリーリバーのリバプブリックローラーのジェロメーターFlex Touch 1でショアA72であった。

直接グラビアロールを、ゴム製裏打ちロールから0.003インチの間隙をあけて設定した。オフセットグラビアロールを、グラビアロールとゴム製裏打ちロールの間に0.375インチ押しつける状態で設定した。加熱した直接と加熱したオフセットを結合したグラビア印刷機を750フィート/分の速度で作動させた。組成物の堆積物は、印刷機を出ると殆どすぐに凝固した。

個々のフェイシャルティッシュシートに切断すると、出来たティッシュ製品はPUFFS Plusフェイシャルティッシュより柔らかさ、厚さ、吸収性、その他全体的に顧客に好まれた。

#### 実施例 2

次の組成物を有する融点約56~60℃の実施例1と近似した皮膚保湿調合物を作成した。

#### 重量パーセント

1. 鉱物油	59.0
2. 酸化亜鉛	1.0
3. セレシン蠟 (融点64-67℃)	20.0
4. セテアリアルアルコール	20.0

上述の調合物を1プライのクレープのない乾燥したバスティッシュの両面に15



重量%の量塗布した。出来たティシューは、柔らかな感触が改善され全体的にCh armin Plus浴室用ティシューより好まれた。

#### 実施例 3

次の組成物を有する融点約61℃の実施例 1 と近似した皮膚保湿／保護調合物を作成した。

重量パーセント	
1. ジメチコン 100 cst	2.0
2. イソプロピルパルミテート	4.0
3. アセチラン*	5.0
4. 鉱物油	45.0
5. ビタミンEアセテート	2.0
6. アロエ抽出物	2.0
7. セ1ノシン蠟 (融点66-71℃)	20.0
7. ビヘニルアルコール	20.0

\* セチルアセテートとアセチル化ラノリンアルコール、アメルコール社

実施例 1 と同じように、上述の調合物を 2 プライフェイシャルティシューの両面に総添加量26重量%のレベルで塗布した。

#### 実施例 4

実施例 3 と同様に 3 プライフェイシャルティシューを作成したが、調合物の添加量を 2 つの外側プライの重量に対して 1 8 重量%とした。

#### 実施例 5

実施例 3 と同様に 3 プライフェイシャルティシューを作成したが、調合物の添加量を 2 つの外側プライの重量に対して 2 2 重量%とした。

顧客の使用試験で、実施例 3、4、5 のティシューは、PUFFS Plusより柔らかさ、厚さ、吸収性、その他全体的に好まれた。

#### 実施例 6

比較のため、顧客が好む製品ができない調合物で上述のように処理したティシューを作った。特に、最初の調合物は次の成分で作った。

	重量パーセント
1. ジメチコンとジメチコナル	5.0
2. ジメチコン 20cst	15.0
3. イソプロピルパルミテート	3.0
4. イソデシルネオペンタエート	20.0
5. アセチラン	7.0
6. 鉱物油	25.0
7. グリセリルモノハイドロキシステアレート	15.0
8. セチルアルコール	10.0

この調合物を2プライフェイシャルティッシュに合計14重量%のレベルで添加

して上述のように塗布した。

第2の調合物を次の成分で作った。

	重量パーセント
1. ジメチコン 100 cst	2.0
2. イソプロピルパルミテート	4.0
3. アセチラン	5.0
4. 鉱物油	34.0
5. セテアレス-20	35.0
6. セチルアルコール	20.0

第2の調合物を2プライティッシュに合計31重量%のレベルで添加して上述のように塗布した。

両方の製品について、実施例3、4、5で行ったように、PUFFS Plus（対照）と比較して何方を好むか顧客試験を行った。両方とも、PUFFS Plusのほうが好まれた。両方の調合とも（上述のリストの）ワックス成分がなかった。ワックス成分がないと、オイル成分がティッシュの表面又はその近くに残りにくくなり、良い結果が得にくくなる。

前述の例は、例示のためであり、本発明の範囲を制限するものではなく、本発明の範囲は請求の範囲とその均等範囲である。

【图1】

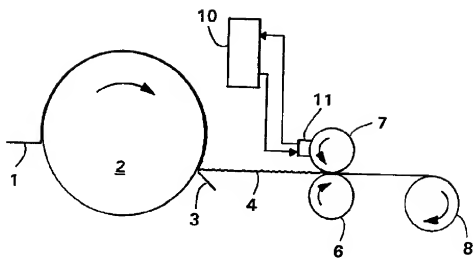


FIG. 1

【图2】

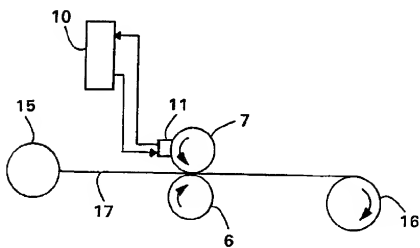


FIG. 2

【图3】

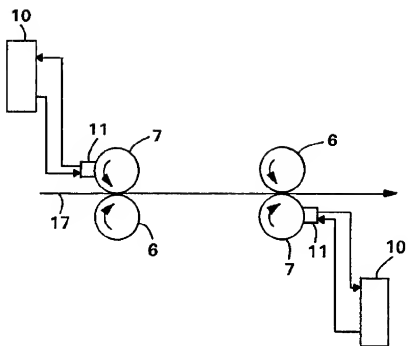


FIG. 3

【图4】

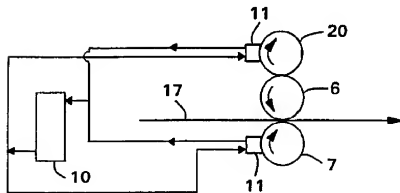


FIG. 4

【图 5】

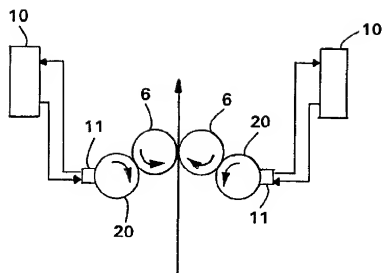


FIG. 5

【图 6】

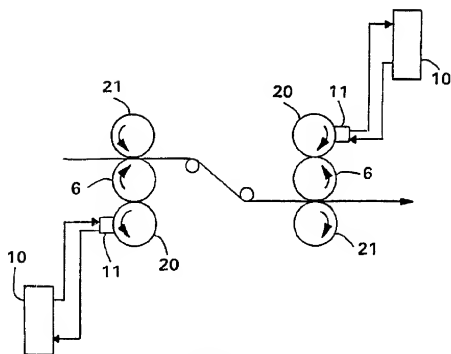
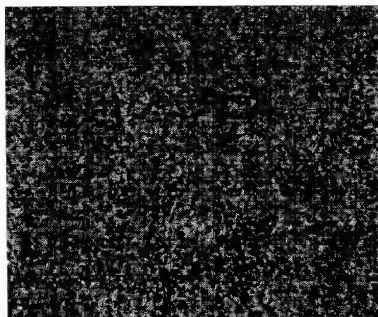
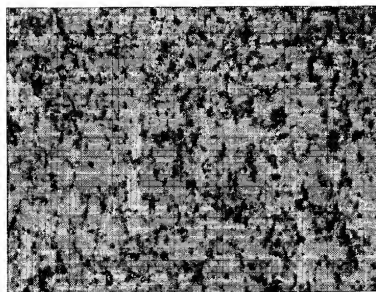


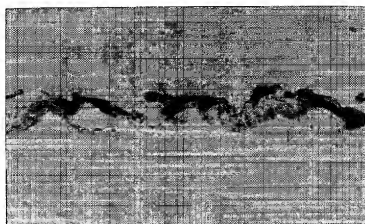
FIG. 6



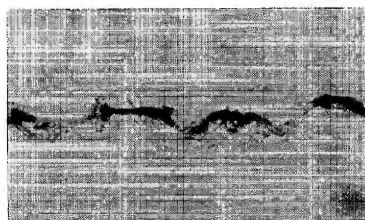
**FIG. 7A**



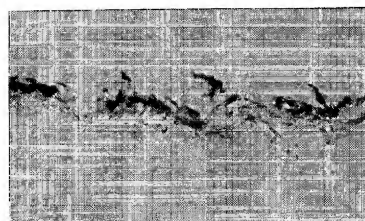
**FIG. 7B**



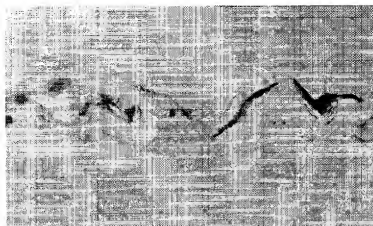
**FIG. 8A**



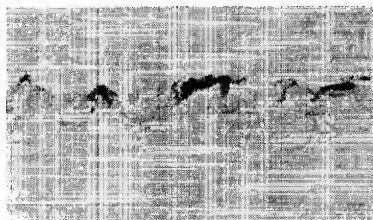
**FIG. 8B**



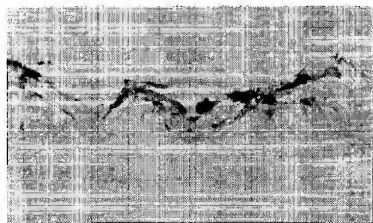
**FIG. 8C**



**FIG. 8D**

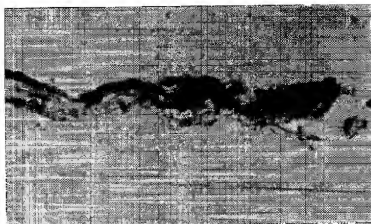


**FIG. 8E**

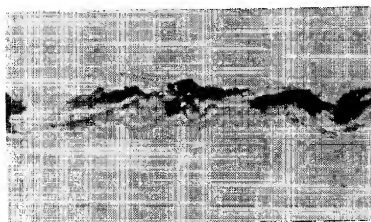


**FIG. 8F**

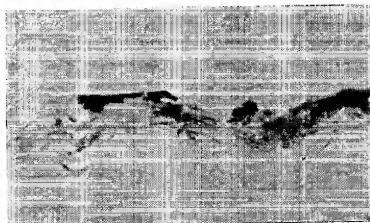




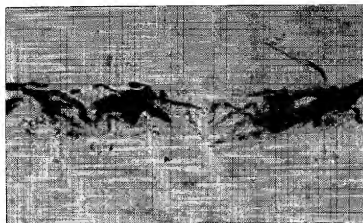
**FIG. 9A**



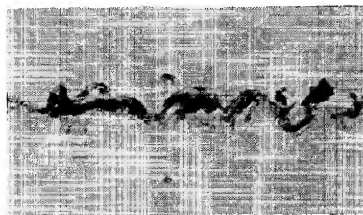
**FIG. 9B**



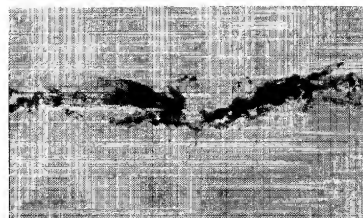
**FIG. 9C**



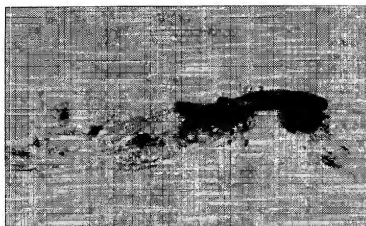
**FIG. 9D**



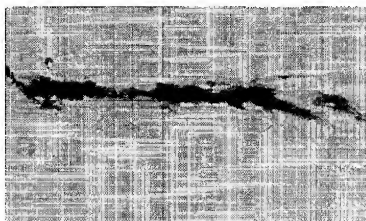
**FIG. 9E**



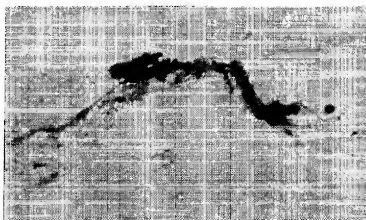
**FIG. 9F**



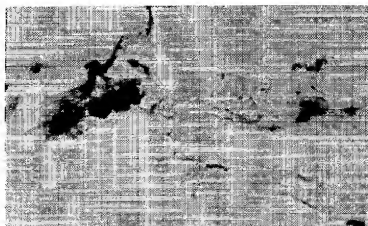
**FIG. 10A**



**FIG. 10B**



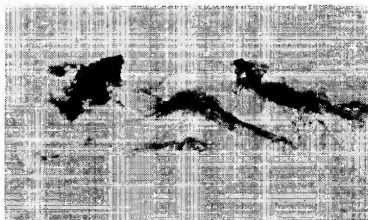
**FIG. 10C**



**FIG. 10D**



**FIG. 10E**



**FIG. 10F**

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Letter: -al Application No  
PCT/US 95/01297

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 6 D21H19/18 D21H21/22 A61K7/48		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 6 D21H		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of documents, with indications, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	DE,C,490 263 (MUNKTELL) 9 January 1930 see page 2, line 20 - line 35 ---	1,11,12, 15,16
A	DE,C,485 947 (MUNKTELL) 24 October 1929 see the whole document ---	1,11,12, 15,16
A	CH,A,253 918 (PALTSCHO) 16 November 1948 see the whole document ---	1,11
A	US,A,5 362 500 (MAZUREK PAMELA M ET AL) 8 November 1994 see abstract see column 7, line 4 - line 15 ---	1,15,29
-/-		
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C. <input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.		
* Special categories of cited documents : "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubt on priority claimed or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document relating to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed		
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principles or theory underlying the invention "X" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combinations being obvious to a person skilled in the art "M" documents member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search  29 May 1996		Date of mailing of the international search report  - 7. 06. 96
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.O. Box 3518 Patentaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel: (+31-70) 340-2040, Tlx. 31 651 490 nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer  Songry, U

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 1992)

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.  
PCT/US 96/01297

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of documents, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
P.A	US.A.5 389 204 (AMPULSKI ROBERT S) 14 February 1995 see the whole document -----	28

Form PCT/ISA.210 (continuation of second sheet) (July 1992)

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.

PCT/US 96/01297

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE-C-499263		BE-A- 334455 GB-A- 252729	
DE-C-485947		BE-A- 335389	
CH-A-253918		FR-A- 1313075 FR-A- 1337295 GB-A- 959374	05-04-63 20-12-63
US-A-5352500	88-11-94	AU-B- 5584694 CA-A- 2149742 EP-A- 0671887 WO-A- 9413151	04-07-94 23-06-94 20-09-95 23-06-94
US-A-5389204	14-02-95	NONE	

Form PCT/ISA/210 (patent family annex) (July 1993)

(81)指定国 EP(AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AP(KE, LS, MW, SD, SZ, UG), AM, AT, AU, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GE, HU, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LK, LR, LT, LU, LV, MD, MG, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, UZ, VN

(72)発明者 ガーヴィー リー バトリック  
アメリカ合衆国 ウィスコンシン州  
54140 リトルチュート フロリダ アベ  
ニュー 113

(72)発明者 ヘンダーソン シンシア ワッツ  
アメリカ合衆国 ウィスコンシン州  
54956 ニーナ ローウェル ブレイス  
411

(72)発明者 タック マイケル チョンシー  
アメリカ合衆国 ウィスコンシン州  
54914 アップルトン ウェスト ロレイ  
ン ストリート 808